



Films minces ultradoux pour la réalisation de microcapteurs GMI

Johan Moulin, Frederic Mazaleyrat, Iman Shahosseini, Francisco Alves

► To cite this version:

Johan Moulin, Frederic Mazaleyrat, Iman Shahosseini, Francisco Alves. Films minces ultradoux pour la réalisation de microcapteurs GMI. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. pp.13. hal-00823876

HAL Id: hal-00823876

<https://hal.science/hal-00823876>

Submitted on 18 May 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Films minces ultradoux pour la réalisation de microcapteurs GMI

J. Moulin^a, F. Mazaleyrat^b, I. Shahosseini^c, F. Alves^d

^a IEF, UMR 8622, Univ. Paris Sud / CNRS, F-91405 Orsay, johan.moulin@u-psud.fr

^b SATIE, UMR 8029, ENS Cachan, F-94235 Cachan, frederic.mazaleyrat@ens-cachan.fr

^c IEF, UMR 8622, Univ. Paris Sud / CNRS, F-91405 Orsay, iman.shahosseini@u-psud.fr

^d LGEP, UMR 8507, Univ. Paris Sud / Supelec /CNRS, F-91405 Gif-Sur –Yvette, francisco.alves@u-psud.fr

RESUME:

Le procédé de dépôt de films minces de Finemet par pulvérisation RF a été étudié de manière à minimiser la coercivité des films. Ce matériau devient particulièrement intéressant pour la réalisation de microcapteurs à magnétoimpédance géante puisque la sensibilité et l'hystérésis de ces capteurs sont directement liés aux propriétés de la couche ferromagnétique qui les constitue.

La coercivité du Finemet est particulièrement sensible à la contamination en oxygène. La vitesse de dépôt nécessairement rapide induit alors des contraintes importantes. La température de recuit a été optimisée de manière à relaxer les contraintes et amorcer la cristallisation. Les études ont montré que les conditions de recuit optimales correspondent à la température de cristallisation T_x . Après optimisation des conditions de dépôt et de recuit, la coercivité a été réduite à 10 A m^{-1} pour un film de 500 nm.

L'intégration du Finemet dans des microcapteurs GMI a permis d'obtenir des sensibilités importantes, du même ordre de grandeur que celle de capteurs macroscopiques (autour de 4100 V/T/A pour un capteur de $4 \text{ mm} \times 200 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$).

MOTS-CLES : Finemet, FeCuNbSiB, microcapteur, magnétoimpédance, couche mince

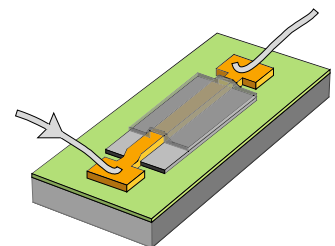
I) Objectif

Le contrôle non destructif (CND) par courant de Foucault consiste à induire dans une plaque métallique des courants alternatifs à une fréquence dépendant de la zone à analyser (HF pour la surface, BF pour la profondeur). En présence d'un défaut (trou, fissure), les courants induits sont perturbés, ce qui a pour conséquence une distorsion du champ magnétique au dessus de la plaque.

Cette signature magnétique à mesurer est faible, de l'ordre du microtesla pour un défaut enterré à plusieurs millimètres. Pour mesurer ce faible champ magnétique, il est nécessaire de réaliser un capteur particulièrement sensible à basse fréquence et de taille relativement réduite. La détection par induction dans une microbobine est donc mal adaptée. La technologie choisie dans le cadre de ce travail est liée au phénomène de magnéto-impédance. Le principe de fonctionnement du capteur est basé sur la variation d'impédance (résistance et inductance) d'un conducteur ferromagnétique, soumis à un courant alternatif de haute fréquence, en présence d'un champ magnétique [1,2]. Le principe de mesure est lié à la variation de l'effet de peau dans le matériau ferromagnétique, elle-même liée à la variation de perméabilité magnétique transverse avec un champ magnétique extérieur.

Dans le cas simple d'un film ferromagnétique de perméabilité transverse μ_t et de conductivité σ excité par un courant de fréquence f , l'épaisseur de peau s'exprime par :

$$\delta(H_{ext}) = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu_t (H_{ext})}}$$



L'impédance d'un film d'épaisseur t et de résistance R_{dc} en régime continu s'exprime alors par :

$$Z = R_{dc} (1 + j) \frac{t}{\delta} \coth \left((1 + j) \frac{t}{\delta} \right)$$

L'impédance varie donc avec le rapport de l'épaisseur du film t avec l'épaisseur de peau δ . La structure peut être améliorée de manière à augmenter la sensibilité du capteur. Elle correspond à un empilement de trois films : un film conducteur situé entre deux films ferromagnétiques [3].

Un certain nombre de contraintes sont liées à l'intégration du capteur et à l'obtention d'une sensibilité importante :

- le courant d'excitation du capteur, traversant le conducteur central, doit être de l'ordre de 10-20 MHz (limite de l'électronique classique). L'épaisseur des films doit ainsi être de l'ordre du micron. En effet, il a été montré que le maximum de la variation relative d'impédance $\Delta Z/Z_{sat}$ est atteint pour $\delta \approx t$.

- le film ferromagnétique doit être le plus doux possible.

- l'effet de peau étant sensible à la perméabilité transverse, une anisotropie doit être induite dans la même direction. Le capteur, une fois élaboré, doit ainsi être recuit sous champ magnétique. La température maximale du procédé d'élaboration complet doit ainsi être inférieure à la température de changement d'état pour que le recuit sous champ soit effectif.

Dans l'application visée, les défauts à détecter sont enterrés de 16 mm dans une plaque d'aluminium et leurs dimensions sont de l'ordre de 5 x 5 x 0,1 mm. Le champ magnétique à mesurer s'étale donc au dessus de la tôle sur 1 cm² environ.

II) Elaboration des films de Finemet

Notre choix s'est porté sur le Finemet®, un alliage FeCuNbSiB, dont les propriétés magnétiques à l'état "massif", sous forme de rubans de 20 µm d'épais, sont uniques. Ce matériau, initialement amorphe, nanocristallise après recuit sous forme de grains de FeSi d'une dizaine de nanomètres de diamètre. La matrice amorphe résiduelle reste ferromagnétique, ce qui assure le couplage magnétique des grains. La coercivité de ce matériau est particulièrement faible grâce à sa microstructure, d'une part par une quasi-annulation de l'anisotropie magnétocristalline (modèle de l'anisotropie aléatoire), d'autre part par la compensation de l'anisotropie magnétoélastique des grains et de la matrice [4].

Un procédé de pulvérisation cathodique a été mis au point, qui permet de déposer des films minces de Finemet, de titane et de cuivre. Le bâti de pulvérisation est de marque Plassys. Il a posséder un groupe de pompage secondaire (pompe turbomoléculaire) et un piège à azote liquide. En effet, il a été montré que la contamination en oxygène joue un rôle crucial sur la coercivité du matériau [5]. Le contrôle du vide est donc primordial et les conditions d'élaboration sont sévères pour maximiser la vitesse de dépôt : forte pression d'argon et courte distance cible-échantillon (voir fig. 1). Ces contraintes sont importantes puisqu'elles sont à l'origine d'une faible directivité du dépôt.

Les conditions de dépôt sont les suivantes : pression résiduelle 10⁻⁷ mbar, puissance 250 W RF pour le Finemet, 50 W DC pour le cuivre et le titane. La pression de travail est de 40 mbar pour le Finemet et le titane, 6,5 mbar pour le cuivre. La cible utilisée est constituée de poudres micrométriques frittées. Sa composition est celle de l'alliage dont les propriétés magnétiques sont optimales : Fe_{73,5}Cu₁Nb₃Si_{15,5}B₇. La composition du matériau déposé est proche de celle de la cible, elle est très légèrement enrichie en cuivre.

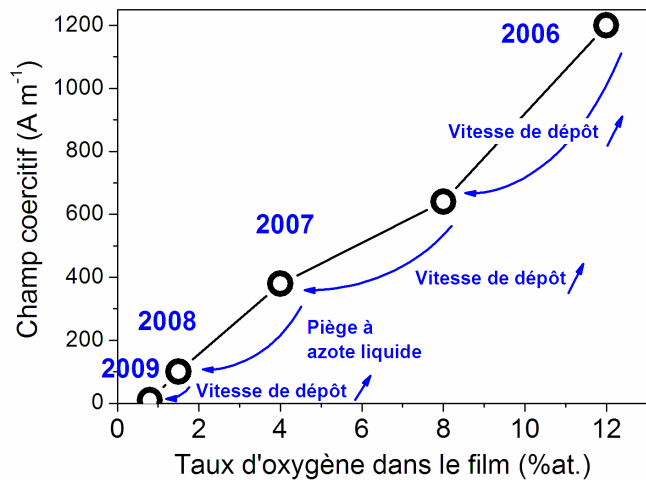


Fig 1 : Champ coercitif d'un films de Finemet de 500 nm de d'épaisseur après recuit, en fonction de la contamination en oxygène dans le film. Les dates font référence à l'évolution dans le temps et au procédé mis en oeuvre

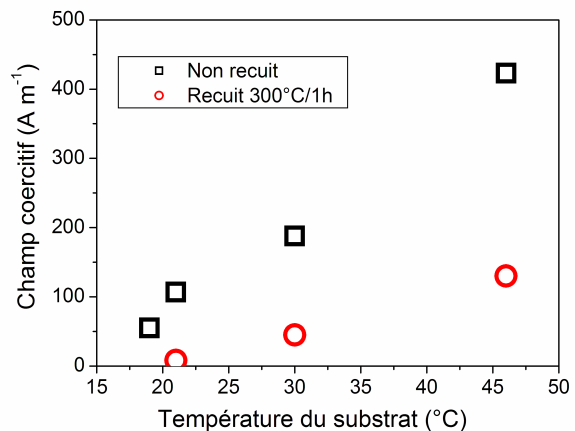


Fig. 2 : Dépendance du champ coercitif de films de 500 nm d'épaisseur avec la température du substrat au début du dépôt. La pression résiduelle est la même pour tous les échantillons.

III) Recuit / contraintes internes

Les contraintes internes jouent un rôle important dans les propriétés magnétiques des films. En effet, l'anisotropie induite par ces contraintes est à l'origine d'un durcissement du matériau qui détériore les propriétés de magnétoimpédance. Ces contraintes ont deux origines : le désordre associé à la technique de pulvérisation et la dilatation différentielle avec le substrat. Le premier est, en première approximation, indépendant de l'épaisseur du film et des conditions initiales. Le second est fortement lié à la température initiale du substrat au début du dépôt (le substrat n'est pas refroidi dans notre équipement). La figure 2 montre que le champ coercitif des films varie avec la température initiale du substrat d'un facteur $13 \text{ A m}^{-1} / \text{K}$ pour les films non recuits et $5 \text{ A m}^{-1} / \text{K}$ pour les films recuits.

Les contraintes induites par la dilatation différentielle entre le film et le substrat peut s'exprimer par :

$$\sigma_{\text{therm exp}} = (\mu_w - \mu_f) \frac{E_f}{1 - \nu_f} \Delta T = a \Delta T \quad (4)$$

avec μ_w et μ_f , les coefficients de dilatation du wafer et du film, E_f et ν_f le module d'Young et le coefficient de Poisson du film et ΔT la variation de température impliquée. L'énergie magnétoélastique associée est :

$$E_s = \lambda_s \sigma \quad (5)$$

avec λ_s le coefficient de magnétostriction à saturation du matériau. Des travaux précédents ont permis d'estimer le coefficient a à 0.75 MPa/K lorsque la température reste inférieure à 200°C . A partir de la valeur de λ_s de l'alliage Finemet amorphe (i.e. $23 \cdot 10^{-6} \text{ ppm}$), on peut estimer l'augmentation de l'énergie magnétoélastique due à la dilatation différentielle à $17 \text{ J m}^{-3}/\text{K}$. Cela correspond à une variation du champ coercitif de l'ordre de 8 à $10 \text{ A m}^{-1}/\text{K}$, ce qui est cohérent avec les résultats expérimentaux du film non recuit. Après traitement thermique, les contraintes liées au dépôt sont relaxées, ce qui explique les valeurs de H_c plus faible. D'autre part, la diminution de λ_s est à l'origine d'une dépendance plus faible de H_c avec la température initiale du substrat.

Les contraintes internes dans des films continus (2" de diamètre) ont été déterminées par balayage laser, en fonction de la température (rampe de $2,5^\circ\text{C} / \text{min}$) et ce jusqu'à 500°C . Le rayon de courbure du substrat est mesuré avant et après dépôt, puis la contrainte est estimée à partir de la formule de Stoney :

$$\sigma = \frac{E_w}{6(1-\nu_w)} \frac{t_w^2}{t} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right)$$

avec E_w , ν_w , t_w , le module d'Young, le coefficient de Poisson et l'épaisseur du substrat, t l'épaisseur du film, R_0 et R les rayons de courbure du film avant et après dépôt.

Les résultats (voir fig. 3) montrent que la température optimale de recuit se situe à 400°C pour un film de 500 nm d'épaisseur, ce qui correspond à la température de cristallisation T_x (voir figure). En effet, au dessous de T_x , les modifications microstructurales (réarrangement atomique, densification) mènent à une relaxation des contraintes internes. Cet effet, associé à une germination des grains de FeSi, permet de réduire l'anisotropie magnétique globale, donc le champ coercitif. Une fois la cristallisation amorcée, les propriétés mécaniques du films changent, en particulier le module d'Young, ce qui mène à une augmentation de la contrainte résiduelle, par effet de dilatation différentielle avec le substrat, donc à une augmentation du champ coercitif. La température optimale de recuit se situe donc à la limite des deux phénomènes [6].

IV) Propriétés magnétiques des films

Le modèle de l'anisotropie aléatoire, qui explique les propriétés douces des matériaux nanocristallins, peut être adapté pour tenir compte de la dimensionnalité particulière des films minces. Le principe de la marche aléatoire permet de calculer l'anisotropie magnétocristalline effective K_{eff} d'un matériau constitué de grains d'anisotropie K_1 et dont les orientations cristalline sont aléatoirement réparties :

$$K_{\text{eff}} = \frac{xK_1}{\sqrt{N}}$$

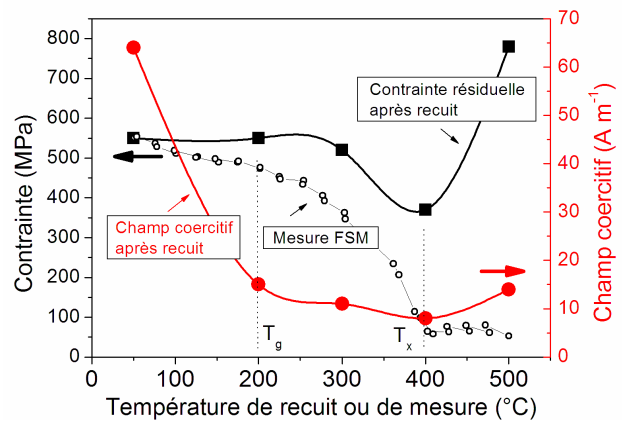


Fig 3 : Mesure de la contrainte dans un film de Finemet de 500 nm en fonction de la température et contrainte résiduelle après recuit (noir). Champ coercitif du film après recuit (rouge).

avec x la fraction cristalline et N le nombre de grains impliqués qui, dans le cas présent, correspondent aux grains en interaction d'échange magnétique :

$$N = x \left(\frac{l_{ex}}{D} \right)^3$$

avec D le diamètre des grains et l_{ex} la longueur d'échange dans le matériau. Cette dernière dépend elle-même de l'anisotropie effective :

$$l_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K_{eff}}}$$

avec A la raideur d'échange. L'anisotropie effective varie alors avec la puissance 6 du diamètre des grains :

$$K_{eff} = x^2 K_1^4 \frac{D^6}{A^3}$$

Dans le cas d'une couche mince, le volume d'échange est 'aplati' dans l'épaisseur du film (voir figure 4) :

$$N = \frac{3}{2} x \frac{t l_{ex}^2}{D^3}$$

avec t l'épaisseur du film. Ce qui donne :

$$K_{eff} = \frac{2 x K_1^2 D^3}{3 A} \frac{1}{t}$$

L'anisotropie effective, donc le champ coercitif, varie ainsi avec l'inverse de l'épaisseur du film.

La limite entre les deux modèles correspond à une épaisseur égale à l_{ex} , c'est-à-dire de l'ordre de 1 à 2 μm pour le Finemet.

Dans le cas des couches minces, en appliquant les valeurs standard du Finemet ($x = 80\%$, $K_1 = 10 \text{ kJ m}^{-3}$, $A = 10^{-11} \text{ J m}^2$ et $D = 12 \text{ nm}$), on obtient :

$$K_{eff th} = \frac{9200}{t_{(nm)}}$$

Pour valider ce modèle, le champ coercitif de films de différentes épaisseurs a été mesuré expérimentalement à l'aide d'un AGFM ou d'un VSM pour les champs coercitifs faibles. La figure 5 présente ces valeurs pour des films de Finemet amorphes (non recuits) et nanocristallisés par recuit à 400°C ou 500°C pendant 1h. Quelle que soit l'épaisseur des films, le recuit adoucit le matériau. Toutefois, le recuit à 500°C détériore les propriétés magnétiques, même pour des films épais ($> 1 \mu\text{m}$)

La courbe tracée dans la figure correspond à :

$$H_{c exp} = \frac{6500}{t_{(nm)}}$$

Elle s'accorde avec la valeur prédite par le modèle pour une épaisseur de film inférieure à 500 nm.

Au-delà de cette limite, on observe une augmentation du champ coercitif. Il est à noter que l'épaisseur du film correspondante est de l'ordre de l'épaisseur de paroi dans le film. Il est donc supposé que ce phénomène est lié à une modification de la structure en domaines dans le matériau.

V) Réalisation des capteurs

Les capteurs sont réalisés par un dépôt successif de trois films Finemet/cuivre/Finemet. Les trois films sont structurés par lift-off, car il n'existe pas de solution de gravure sélective du Finemet. Les contraintes liées aux épaisseurs des films ont nécessité l'utilisation d'une résine épaisse. Un procédé a donc été développé avec la résine AZ5214, enrésinée suffisamment lentement pour obtenir un film de 3 μm d'épaisseur. La séquence lift-off + pulvérisation est répétée 3 fois, pour chacun des niveaux du capteur.

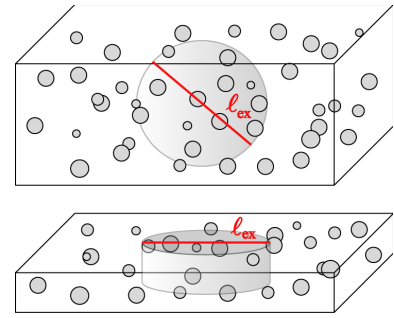


Fig. 4 : Volume d'échange impliqué dans le modèle de l'anisotropie aléatoire pour un matériau massif (haut) et une couche mince (bas).

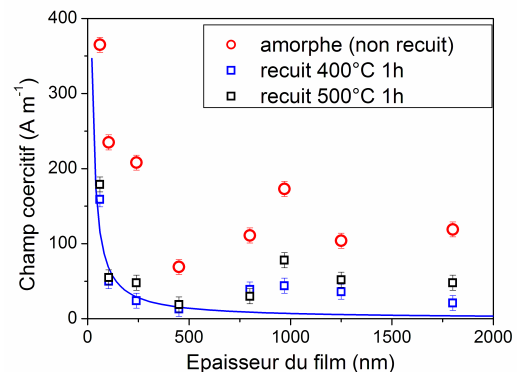


Fig. 5 : champ coercitif de films de Finemet de différentes épaisseurs, non recuits et recuits à 500°C pendant 1h

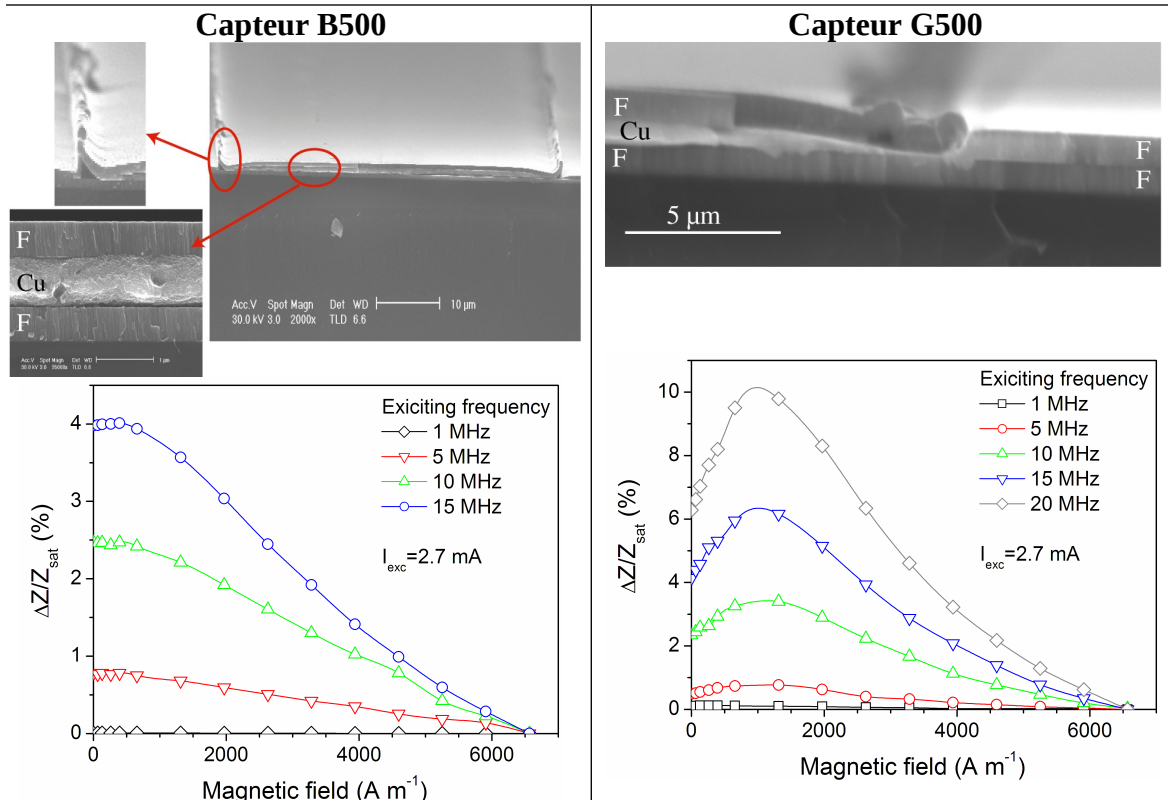


Fig. 6: Visualisation en MEB du défaut au niveau de la piste de cuivre et influence sur les propriétés de magnéto-impédance. Les dimensions des capteurs sont les suivantes : Finemet 4 mm x 200 μm x 500 nm / cuivre 4 mm x 50 μm x 500 nm / Finemet 4 mm x 200 μm x 500 nm.

Le procédé consiste donc à structurer par lift-off un film épais, élaboré dans des conditions telles que la directivité du dépôt est faible. La conséquence de cette technique consiste en l'apparition d'un défaut au bord du motif, associé à un dépôt de matériau sur les flans de la résine. Les résultats de caractérisation (voir fig. 6) de deux générations de capteurs, de même dimensions, l'un avec un défaut au niveau de la piste de cuivre (capteur B), l'autre sans défaut (capteur G) mettent clairement en évidence leur influence sur les propriétés. En effet la magnétoimpédance (caractérisée par la variation relative d'impédance $\Delta Z/Z_{\text{sat}}$) du capteur B500 ne présente pas de variation importante avec le champ magnétique. Au contraire, le capteur G500 présente une variation importante de la magnéto-impédance pour un champ magnétique inférieur à 1000 A m^{-1} .

V) Propriétés des capteurs

Les capteurs réalisés donnant les meilleurs résultats actuellement ont les mêmes dimensions que le capteur G500 mais l'épaisseur des films est de 750 μm . Ils possèdent à l'état naturel (sans amplification) une sensibilité de 4100 V/T/A à une fréquence d'excitation de 30 MHz.

La figure 7 présente l'état de l'art pour quelques familles de microcapteurs. Les sensibilités les plus élevées sont obtenues avec des microfilms amorphes. Le dispositif correspondant est toutefois difficile à intégrer sous forme de matrices de multi-capteurs puisque chaque microfil doit être connecté manuellement et séparément. Les microcapteurs de type fluxgate sont aussi particulièrement sensibles mais volumineux et technologiquement complexes. Leur principe

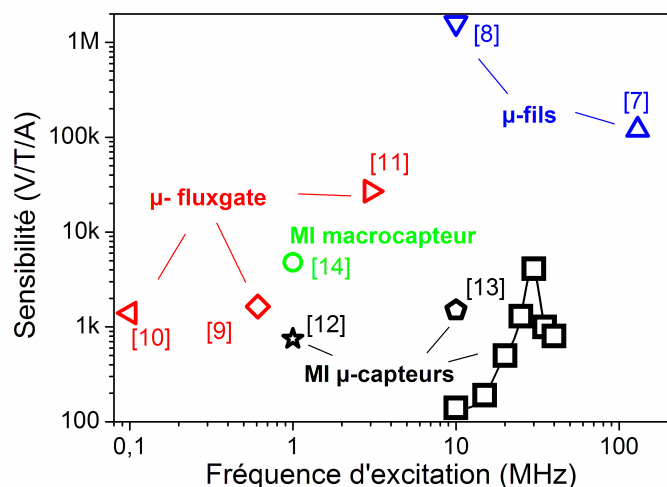


Fig. 7 Sensibilité du microcapteur G750 (carrés noirs) et comparaison avec des dispositifs de type fluxgate, magnéto-impédance en couches minces (MI) et à base de micro-fils.

de fonctionnement est en effet basé sur le phénomène d'induction, ce qui nécessite la présence d'un ou plusieurs bobinages autour d'un noyau magnétique. Enfin, un certain nombre de travaux relatant la fabrication et les propriétés de magnéto-impédance en couches minces (FeSiB et FeCoSiB) a été mené dans le passé par d'autres équipes. Les sensibilités des dispositifs obtenus sont rapportées dans la figure 7. Comparativement, le dispositif présenté est optimal à une fréquence d'excitation plus élevée, car les couches déposées sont plus minces, mais la sensibilité est près de 3 fois plus importante.

En outre, le capteur réalisé est comparé à un capteur macroscopique (5 x 1 x 0,01 cm) réalisé à partir de rubans de Finemet (20 µm d'épaisseur) et de cuivre (40 µm d'épaisseur) collés [14]. Il est intéressant de noter qu'il n'y a pas d'effet d'échelle sur la sensibilité, ce qui permet d'envisager la réduction des dimensions sans détériorer les propriétés de magnéto-impédance.

Conclusion

Le dépôt par pulvérisation RF de films minces de Finemet a été étudié. L'étude des propriétés microstructurales et de la contrainte interne en fonction de la température a mis en évidence l'influence de la contamination en oxygène et de la contrainte résiduelle sur le champ coercitif. La température de recuit optimale correspond à la température de cristallisation. Le champ coercitif le plus faible obtenu est de 10 A m⁻¹ pour une épaisseur de 500 nm.

Les propriétés magnétiques des films nanocristallisés sont régies par le modèle de l'anisotropie aléatoire. Toutefois, concernant les films minces, il est nécessaire de tenir compte de l'épaisseur du film, qui limite le volume d'échange. Les mesures effectuées sur des films de Finemet valident ce modèle, qui prévoit que le champ coercitif varie avec l'inverse de l'épaisseur.

Des microcapteurs GMI ont été réalisés par empilement de films Finemet/cuivre/Finemet. L'effet de magnétoimpédance est particulièrement sensible à la planéité des films, qui peut être perturbée par l'association du lift-off avec un dépôt épais et peu directionnel. Après optimisation du procédé, la sensibilité la plus importante obtenue est de 4100 V/T/A à une fréquence d'excitation de 30 MHz.

References:

- [1] L. V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, and M. Noda, Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys, *J. Appl. Phys.* 76 (1994), 6198
- [2] L.V. Panina, K. mohri, T. Uchiyama, K. Bushida, M. Noda, Giant magneto-impedance in Co-rich amorphous wires and film, *IEEE Trans. Mag.* 31 (1995), 1249
- [3] M. Senda, O. Ishii, Y. Koshimoto, T. Toshima, Thin-film magnetic sensor using high frequency magneto-impedance (HFMI) effect, *IEEE Trans. Mag.* 30 n°6 (1994), 4611
- [4] G. Herzer, *Physica Scripta*, Vol. T49 (1993), 307
- [5] J. Moulin, B. Kaviraj, El-H. Oubensaïd, F. Alves, V. R. Reddy, A. Gupta, E. Dufour-Gergam, *Solid State Phenomena*, vol. 152-153 (2009), 3
- [6] J. Moulin, M. Ammar, I. Shah-Hosseini, F. Alves, F. Mazaleyrat, Magnetoelastic effect in soft amorphous and nanocrystalline FeCuNbSiB thin films, *J. Phys. Conf. Series* 200 n°8 (2010), 082020
- [7] données non publiées
- [8] H. Chiriac, M. Tibu, A.-E. Moga, D. Herea, Magnetic GMI sensor for detection of biomolecules, *J. Magn. Magn. Mat.* 293 (2005), 671
- [9] S. O. Choi, S. Kawahito, Y. Matsumoto, M. Ishida, Y. Tadokoro, An integrated micro fluxgate sensor, *Sens. Actuators A* 55 (1996), 121
- [10] T. M. Liakopoulos, C. H. Ahn, A micro-fluxgate magnetic sensor using micromachined planar solenoid coils, *Sens. Actuators* 77 (1999), 66
- [11] S. Kawahito, H. Satoh, M. Sutoh, Y. Tadokoro, High-resolution micro-fluxgate sensing elements using closely coupled coil structures, *Sens. Actuators* 54 no1-3(1996), 612
- [12] Y. Nishibe, H. Yamadera, N. Ohta, K. Tsukada, Y. Nonomura, Thin film magnetic sensor utilizing Magneto Impedance effect, *Sens. Actuators* 82 (2000), 155
- [13] T. Morikawa, Y. Nishibe, H. Yamadera, Y. Nonomura, M. Takeuchi, Y. Taga, Giant Magneto-impedance effect in layered thin films, *IEEE Trans. Mag.* 33 n°5 (1997), 4367
- [14] F. Alves, J. Moutoussamy, C. Coillot, L. Abi-rached, Performances of a high sensitive trilayer F/Cu/F GMI sensor, *Sens. actuators. A* 145-146 (2008) 241